PRÁTICA 01 - INTRODUÇÃO AO TRABALHO NO LABORATÓRIO DE QUÍMICA ANALÍTICA E PREPARO E PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES

METAS

Apresentar o objetivo da parte prática da disciplina;
apresentar as instruções de trabalho no laboratório;
apresentar o modelo para confecção do relatório; e
familiarizar com as técnicas de preparo e padronização de solução.

OBJETIVOS

Ao final desta aula, o aluno deverá:
entender como trabalhar com segurança no laboratório de química analítica;
saber confeccionar o relatório experimental;
realizar a preparação e padronização de uma solução de NaOH utilizando os materiais adequados para este procedimento.

PRÉ-REQUISITO

Saber os fundamentos da análise volumétrica e titulometria ácido-base.

(Fonte: http://est.ualg.pt)

INTRODUÇÃO

Na última aula encerramos o conteúdo teórico da disciplina. A partir desse momento iniciaremos a parte experimental que consiste em cinco aulas práticas a serem desenvolvidas no laboratório de química analítica.

Ao longo desta aula, faremos uma introdução aos trabalhos no laboratório enfatizando o procedimento experimental e as instruções para confecção do relatório experimental. É de fundamental importância que o aluno compareça ao laboratório usando guarda-pó e munido do procedimento experimental. Além disso, discutiremos os princípios da volumetria e faremos o preparo e a padronização de uma solução de hidróxido de sódio. Na padronização será empregado bfitalato de potássio como padrão primário para a solução de NaOH. O ponto final será detectado pela mudança de coloração da fenolftaleina de incolor para rosa.

Fonte: (Fotografia de Isa Vanny)

INTRODUÇÃO AO TRABALHO NO LABORATÓRIO DE QUÍMICA ANALÍTICA

A Química Analítica II – Parte experimental tem como principal objetivo tornar o discente capaz de relacionar os conhecimentos teóricos com algumas vidrarias e alguns instrumentos utilizados em laboratórios de química analítica.

LABORATÓRIO

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Os procedimentos experimentais são apresentados em cada aula prática com objetivo de apresentar os trabalhos de forma clara, simples e objetiva de modo a capacitar o discente a realizar suas próprias experiências. Estes devem ser seguidos conscientemente, de forma que as experiências sejam melhor compreendidas e as conclusões sejam facilmente observadas.

EXECUÇÃO DO TRABALHO PRÁTICO

A prática deve ser realizada seguindo as instruções abaixo:
- Comparecer ao laboratório usando apropriadamente guarda-pó (jaleco, avental, etc.) na hora marcada, munido do procedimento da experiência e do caderno para anotações;
- Com o objetivo definido da prática, anotar todos os fenômenos relacionando-os com as condições iniciais e finais do experimento;
- Conferir todo o material a ser utilizado na prática, observando se existe material sujo, quebrado ou faltando de acordo com previsto no procedimento experimental;
- Concluído o trabalho prático, coloque todo material utilizado na pia, evitando amontoa-lo para que as vidrarias não se quebrem.

RELATÓRIO

A elaboração do relatório da prática deverá seguir as instruções abaixo:
- Deverá ser escrito de forma clara, organizada e objetiva, que expresse todo conteúdo do trabalho científico realizado;
- Deverá constar dos seguintes itens:

Titulo: Frase sucinta expressando o principal objetivo do trabalho prático.

Resumo: Texto sucinto com, no máximo, seis linhas sobre todo trabalho realizado, incluindo os resultados alcançados.

Introdução teórica: Breve revisão bibliográfica da teoria necessária para compreensão do trabalho prático e interpretação dos resultados; ressaltando no final desse item o objetivo do trabalho fundamentado em conhecimento prático e teórico.

Desenvolvimento experimental: Descrever claramente o procedimento experimental, ressaltando os materiais, equipamentos utilizados e metodologia aplicada.

Resultados e Discussão: Apresentação de todos os dados obtidos na execução da prática em laboratório. A discussão dos resultados, que podem ser apresentados em forma de tabelas e gráficos, deve ser feita através de texto explicativo comparando-os com os dados da literatura. Além disso, a discussão deve mostrar que o aluno relacionou bem os conhecimentos teóricos e práticos; por isso **todo cuidado é pouco nesse item**.

Conclusão: observações pessoais e conclusivas do trabalho realizado.

Referências Bibliográficas: Livros e artigos usados para escrever o relatório, indicados no texto e relacionados neste item conforme exemplos abaixo:
- no texto: ... segundo Baccan (2005) ou segundo Passos et al. (2005)....
- neste item: BACCAN, N.; DE ANDRADE, J. C.; GODINHO, O. E. S.; BARONE, J. S. Química Analítica Quantitativa Elementar. 3ª. Ed. São Paulo: Edgard Blucher, 2001.

PREPARO E PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES

FUNDAMENTOS TEÓRICOS

Em análise química é comum trabalhar com as substâncias de interesse em solução aquosa. Esta solução é comumente obtida através da dissolução completa de uma quantidade definida de uma amostra sólida em solvente apropriado. Nas técnicas volumétricas não é diferente.

Muitas das substâncias utilizadas na análise volumétrica não atende aos requisitos de padrão primário e, por esse motivo precisam ser padronizadas. Padronização é a real definição da concentração, ou seja, definir com grande exatidão a quantidade de reagente em um determinado vo-

lume da solução. A determinação da quantidade de uma substância dissolvida em um solvente qualquer geralmente pode ser feita por uma técnica denominada titulação, na qual faz-se reagir uma solução de concentração desconhecida adicionado continuamente a solução de concentração conhecida na presença de uma substância que indica o término da reação, o indicador.

Nessa primeira aula, vamos preparar a solução de hidróxido de sódio, NaOH, que será utilizada na aula seguinte para determinação da acidez em vinagre. O hidróxido de sódio não é padrão primário; é impuro e higroscópico e, contém sempre carbonato e água. Na preparação da solução de NaOH, cuidados com a exatidão na hora da pesagem ou até mesmo o uso de balão volumétrico são dispensáveis já que a solução ainda será padronizada.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Para preparar a solução de NaOH 0,1 mol/L você deverá:
a) Pesar, aproximadamente, 4,0 g de NaOH p.a. e dissolver em ± 400mL de água destilada fria, previamente fervida. Transferir para uma proveta de 1000 mL;
b) Completar o volume de 1000 mL com água destilada fervida e fria. Homogeneizar a solução com um bastão de vidro;
c) Guardar a solução em frasco plástico limpo e lavado com pequenas porções da solução preparada. Rotular.

Como a solução não atende aos requisitos de padrão primário, a solução deve ser padronizada para determinação da concentração real usando o padrão primário bfitalato de potássio, $KHC_8H_4O_4$ (MM = 204 g/mol). Para tanto você deverá:
a) Pesar, exatamente, de 0,500g a 0,600g de bfitalato de potássio previamente seco em estufa a 120°C durante 30 minutos, e transferir para um erlenmeyer de 250mL;
b) Dissolver em 25 mL de água destilada e adicionar 2 a 3 gotas do indicador fenolftaleína;
c) Lavar a bureta 3 vezes com porções de 5mL da solução de NaOH preparada. Encher a bureta até 1 a 2 cm acima do zero e ajustar o volume a 0 mL;
d) Titular com a solução de NaOH preparada até viragem do indicador de incolor para rosa.

As determinações devem ser efetuadas em triplicata. A titulação deve ser conduzida lentamente, gota a gota, controlando o fluxo do titulante contido na bureta com a mão esquerda.

Os cálculos envolvidos deverão ser feitos segundo as instruções:
a) A partir da massa de biftalato de potássio e do volume gasto na titulação, calcular a concentração exata da solução através da relação $M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$;
b) A partir da concentração média da solução expressar os resultados em termos de intervalo de confiança a 95%;
c) Ajustar o valor da concentração, se necessário.

CONCLUSÃO

Nesta aula foram apresentadas as instruções para o trabalho experimental e confecção do relatório. A solução de hidróxido foi preparada pela dissolução da base e sua padronização foi feita com bfitalato de potássio, já que o NaOH não é padrão primário. A fenolftaleina foi o indicador escolhido para a visualização do ponto final da titulação.

RESUMO

A parte experimental da disciplina de Química Analítica II consiste em relacionar os conhecimentos teóricos com algumas vidrarias e alguns instrumentos utilizados em laboratórios de química. Em cada aula prática são apresentados os procedimentos experimentais de forma clara, simples e objetiva de modo a capacitar o discente a realizar suas próprias experiências. O aluno deverá comparecer ao laboratório usando jaleco, munido do procedimento da experiência e do caderno para anotações. O relatório experimental será ser confeccionado e constará de título, resumo, introdução teórica, desenvolvimento experimental, resultados e discussão, conclusão e referências bibliográficas. A solução de hidróxido de sódio é preparada pela dissolução da base em água. A padronização é feita usando bfitalato de potássio como padrão primário. Na detecção do ponto final é empregado a fenolftaleina como indicador. Todas as determinações são efetuadas em triplicata para o cálculo das variáveis estatísticas.

PRÓXIMA AULA

AULA 11: PRÁTICA 02 - Determinação da acidez em vinagre e ácido fosfórico em reagente comercial.

AUTO-AVALIAÇÃO

1. O que é um padrão primário e quais os critérios exigidos para um composto ser considerado padrão primário?
2. Uma solução de HCl foi preparada a partir da dissolução de 1mL de uma solução 10 mol/L para balão de 100mL. Em seguida, 25mL dessa solução foi padronizada com uma solução de NaOH 0,1036 mol/L, sendo gastos 25,5mL. Qual a concentração da solução de HCl padronizada?
3. Como você faria para preparar e padronizar uma solução de NaOH 0,2 mol/L? Comente e cite todo o material necessário. Dados: NaOH 40 g/mol.
4. Porque a fenolftaleina foi empregada para a visualização do ponto final da titulação entre a solução de NaOH e o bfitalato de potássio?

REFERÊNCIAS

BACCAN, N.; DE ANDRADE, J. C.; GODINHO, O. E. S.; BARONE, J. S. **Química Analítica Quantitativa Elementar**. 3 ed. São Paulo: Edgard Blucher, 2001.
CHRISTIAN, G. D. **Analytical chemistry**. 5 ed. EUA: Ed. John Wiley & Sons, Inc., 1994.
HARRIS, D. C. **Análise Química Quantitativa**. 7 ed. Tradução de Bordinhão, J. [et al.]. Rio de Janeiro: LTC, 2008.
SKOOG, D. A.; WEST, D. M.; HOLLER, F. J.; CROUCH, S. R. **Fundamentos de Química Analítica**. Tradução da 8 ed. americana. São Paulo: Ed. Thomson, 2007.